

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-338979

(43)Date of publication of application : 02.12.2004

---

(51)Int.Cl.

C30B 29/06

C30B 15/20

---

(21)Application number : 2003-135085

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 13.05.2003

(72)Inventor : IIDA MAKOTO

---

## (54) METHOD FOR MANUFACTURING SINGLE CRYSTAL, AND SINGLE CRYSTAL

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for manufacturing a single crystal, by which a value of  $V/G$  having a desired defect area and/or a desired defect-free area can be determined more precisely when the single crystal is pulled by controlling the value of  $V/G$ , and a desired quality single crystal can be pulled more exactly.

**SOLUTION:** In the method for manufacturing the single crystal by pulling a seed crystal from a raw material melt by the Czochralski method, when the pulling speed at the time of pulling the single crystal is defined as  $V$ (mm/min), the temperature gradient of the solid-liquid interface is defined as  $G$  (K/mm), and the maximum temperature at the interface between a crucible and the raw material melt is defined as  $T_{max}$  (°C), a range of the values of  $V/G$  (mm<sup>2</sup>/K × min) having the desired defect area and/or the desired defect-free area depending on at least  $T_{max}$  (°C) is determined, and the single crystal is pulled by controlling the value of  $V/G$  (mm<sup>2</sup>/K × min) to be within the determined range.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

17.01.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-338979

(P2004-338979A)

(43) 公開日 平成16年12月2日(2004.12.2)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

C30B 29/06

C30B 15/20

F1

C30B 29/06

502J

C30B 15/20

テーマコード(参考)

4G077

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号

特願2003-135085 (P2003-135085)

(22) 出願日

平成15年5月13日(2003.5.13)

(71) 出願人 000190149

信越半導体株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

(74) 代理人 100102532

弁理士 好官 幹夫

(72) 発明者 飯田 誠

群馬県安中市礪部2丁目13番1号 信越

半導体株式会社半導体礪部研究所内

Fターム(参考) 4G077 AA02 BA04 CF10 EA02 EH07

EH09 HA12 PF55

(54) 【発明の名称】 単結晶の製造方法及び単結晶

(57) 【要約】

【課題】 V/G値を制御して単結晶を上げる際に、より正確に所望欠陥領域及び/又は所望無欠陥領域を有するV/G値を決定することができ、より確実に所望品質の単結晶を上げることができる単結晶の製造方法を提供する。

【解決手段】 チョクラルスキー法により原料融液から種結晶を上げて単結晶を製造する方法において、単結晶を上げる際の上げ速度をV(mm/min)、固液界面の温度勾配をG(K/mm)、ルツボと原料融液の界面での最高温度をTmax(℃)とした時、少なくともTmax(℃)に応じて所望欠陥領域及び/又は所望無欠陥領域を有するV/G値(mm<sup>2</sup>/K・min)の範囲を決定し、その決定した範囲にV/G(mm<sup>2</sup>/K・min)の値を制御して単結晶を上げることを特徴とする単結晶の製造方法。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

チョクラルスキー法により原料融液から種結晶を引上げて単結晶を製造する方法において、単結晶を引上げる際の引上げ速度を $V$  (mm/min)、固液界面の温度勾配を $G$  (K/mm)、ルツボと原料融液の界面での最高温度を $T_{max}$  (°C)とした時、少なくとも $T_{max}$  (°C)に応じて所望欠陥領域及び/又は所望無欠陥領域を有する $V/G$ 値 (mm<sup>2</sup>/K·min) の範囲を決定し、その決定した範囲に $V/G$  (mm<sup>2</sup>/K·min) の値を制御して単結晶を引上げることを特徴とする単結晶の製造方法。

## 【請求項2】

前記 $V/G$ 値 (mm<sup>2</sup>/K·min) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{max} + 1.38$ 未満の範囲に制御して単結晶を引上げることを特徴とする請求項1に記載の単結晶の製造方法。

## 【請求項3】

前記 $V/G$ 値 (mm<sup>2</sup>/K·min) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.38$ 以上の範囲に制御して単結晶を引上げることを特徴とする請求項1に記載の単結晶の製造方法。

## 【請求項4】

前記 $V/G$ 値 (mm<sup>2</sup>/K·min) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{max} + 1.35$ 以下の範囲に制御して単結晶を引上げることを特徴とする請求項1に記載の単結晶の製造方法。

## 【請求項5】

前記 $T_{max}$  (°C) を、1560°C以下の範囲として単結晶を引上げることを特徴とする請求項1乃至請求項4のいずれか1項に記載の単結晶の製造方法。

## 【請求項6】

前記 $T_{max}$  (°C) を、少なくとも、原料融液を収容するルツボと該ルツボを囲繞するように配置されたヒーターとの間に断熱材を設けること、又はルツボ底面部に断熱材を配設することにより変更することを特徴とする請求項1乃至請求項5のいずれか1項に記載の単結晶の製造方法。

## 【請求項7】

前記単結晶をシリコンとすることを特徴とする請求項1乃至請求項6のいずれか1項に記載の単結晶の製造方法。

## 【請求項8】

前記単結晶の直径を200mm以上とすることを特徴とする請求項1乃至請求項7のいずれか1項に記載の単結晶の製造方法。

## 【請求項9】

請求項1乃至請求項8のいずれか1項に記載の方法で製造された単結晶。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、チョクラルスキー法による単結晶の製造方法に関し、特に、所望欠陥領域及び/又は所望無欠陥領域の単結晶を製造する方法に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

半導体デバイスの基板として用いられる単結晶は、例えばシリコン単結晶があり、主にチョクラルスキー法 (Czochralski Method、以下CZ法と略称する) により製造されている。

## 【0003】

CZ法により単結晶を製造する際には、例えば図2に示すような単結晶製造装置1を用いて製造される。この単結晶製造装置1は、例えばシリコンのような原料多結晶を収容して溶融するための部材や、熱を遮断するための断熱部材などを有しており、これらは、メイ

ンチャンバー2内に收容されている。メインチャンバー2の天井部からは上に伸びる引上げチャンバー3が連接されており、この上部に単結晶4をワイヤー5で引上げる機構（不図示）が設けられている。

#### 【0004】

メインチャンバー2内には、熔融された原料融液6を收容する石英ルツボ7とその石英ルツボ7を支持する黒鉛ルツボ8が設けられ、これらのルツボ7、8は駆動機構（不図示）によって回転昇降自在にシャフト9で支持されている。このルツボ7、8の駆動機構は、単結晶4の引上げに伴う原料融液6の液面低下を補償すべく、ルツボ7、8を液面低下分だけ上昇させるようにしている。

#### 【0005】

そして、ルツボ7、8を囲繞するように、原料を熔融させるための黒鉛ヒーター10が配置されている。この黒鉛ヒーター10の外側には、黒鉛ヒーター10からの熱がメインチャンバー2に直接輻射されるのを防止するために、断熱部材11がその周囲を取り囲むように設けられている。

#### 【0006】

また、引上げた単結晶を冷却する冷却筒12とその下部に黒鉛筒13が設けられ、これに上部より冷却ガスを下流して引上げた単結晶を冷却できるようにしている。さらに、黒鉛筒13の外側下端に原料融液6と対向するように断熱材14を設けて原料融液6の表面からの輻射をカットするとともに原料融液6の表面を保温するようにしている。

#### 【0007】

以上のような単結晶製造装置1内に配置された石英ルツボ7に原料多結晶を收容し、黒鉛ヒーター10により加熱し、石英ルツボ7内の多結晶原料を熔融させる。このように多結晶原料を熔融させたものである原料融液6に、ワイヤー5の下端に接続している種ホルダー15で固定された種結晶16を着液させ、その後、種結晶16を回転させながら引上げることに、種結晶16の下方に所望の直径と品質を有する単結晶4を育成する。この際、種結晶16を原料融液6に着液させた後に、直径を3mm程度に一旦細くして絞り部を形成するいわゆる種絞り（ネッキング）を行い、次いで、所望の口径になるまで太らせて、無転位の結晶を引上げている。

#### 【0008】

このようなCZ法によって製造されるシリコン単結晶は、主として半導体デバイスの製造に用いられる。近年、半導体デバイスでは高集積化が進み、素子の微細化が進んでいる。素子の微細化が進むことで、結晶成長中に導入されるGrown-in結晶欠陥の問題がより重要となっている。

#### 【0009】

ここで、Grown-in結晶欠陥について説明する（図5参照）。シリコン単結晶において、結晶成長速度が比較的高速の場合には、空孔型の点欠陥が集合したボイド起因とされているFPD（Flow Pattern Defect）やCOP（Crystal Originated Particle）等のGrown-in欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はV（Vacancy）領域と呼ばれている。また、成長速度を低めていくと成長速度の低下に伴いOSF（酸化誘起積層欠陥、Oxidation Induced Stacking Fault）領域が結晶の周辺からリング状に発生し、さらに成長速度を低速にすると、OSFリングがウェーハの中心に収縮して消滅する。一方、さらに成長速度を低速にすると格子間シリコンが集合した転位ループ起因と考えられているLSEPD（Large Secco Etch Pit Defect）、LFPD（Large Flow Pattern Defect）等の欠陥が低密度に存在し、この欠陥が存在する領域はI（Interstitial）領域と呼ばれている。

#### 【0010】

近年、V領域とI領域の中間でOSFリングの外側に、空孔起因のFPD、COP等も、格子間シリコン起因のLSEPD、LFPD等も存在しない領域の存在が発見されている。

。この領域はN（ニュートラル、Neutral）領域と呼ばれる。また、このN領域をさらに分類すると、OSFリングの外側に隣接するNv領域（空孔の多い領域）とI領域に隣接するNi領域（格子間シリコンが多い領域）とがあり、Nv領域では、熱酸化処理をした際に酸素析出量が多く、Ni領域では酸素析出が殆ど無いことがわかっている。さらに、熱酸化処理後、酸素析出が発生し易いNv領域の一部に、Cuデポジション処理で検出される欠陥が著しく発生する領域（以下、Cuデボ欠陥領域とする。）があることが見出されており、これは酸化膜耐圧特性のような電気特性を劣化させる原因になることがわかっている。

#### 【0011】

これらのGrown-in欠陥は、引上げ速度（V）と固液界面の温度勾配（G）の比であるV/G値というパラメーターにより、その導入量が決定されと考えられている（例えば、非特許文献1参照。）。すなわち、V/G値が一定になるように、引上げ速度と温度勾配を調節すれば、所望の欠陥領域、あるいは所望の無欠陥領域で単結晶を引上げることができる。

#### 【0012】

例えば、シリコン単結晶を引上げる際に、V/G値を制御して、無欠陥単結晶を引上げる（例えば、特許文献1参照。）、面内にOSFリングまたはOSFリング中の核を有し、且つゲッターリング能力を有する単結晶を引上げる（例えば、特許文献2参照。）等が開示されている。また、V/G値を制御し、さらに窒素を添加してI領域のシリコン単結晶を育成すること（例えば、特許文献3参照。）や同じく窒素を添加して単結晶中の欠陥のサイズと密度と分布が均一な単結晶を育成すること（例えば、特許文献4参照。）が開示されている。そして、このように製造された単結晶から、例えば、全面よりV領域やI領域を排除したN領域のウェーハ、OSFを外周に配置したウェーハ、あるいはCuデボ欠陥領域がないN領域のウェーハ等を製造することができる。

#### 【0013】

しかし、例えば全面がN領域の単結晶を引上げる場合には、実際に欠陥分布を調査して該領域を有するV/G値を求め、その求めたV/G値で単結晶を引上げるのだが、予想したV/G値と、実際に全面N領域の単結晶を得ることができるV/G値とが異なる事例が、数多く存在した。特に、引上げ速度Vを速めて所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域の単結晶の生産性を上げるために、固液界面の温度勾配Gが大きくなるように炉内構造（ホットゾーン：HZ）を設定したにもかかわらず、実際には引上げ速度Vを予想の速度Vより低速にしなければ、所望品質の単結晶を引上げることができない場合も見受けられた。このように、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有するV/G値の正確な値が明らかでなく、効率良く高品質の単結晶を得ることが困難であるという問題があった。

#### 【0014】

##### 【特許文献1】

特開平11-147786号公報

##### 【特許文献2】

特開2000-44388号公報

##### 【特許文献3】

特開平11-349394号公報

##### 【特許文献4】

特開2002-57160号公報

##### 【非特許文献1】

V. V. Voronkov, Journal of Crystal Growth, 59 (1982), 625~643

#### 【0015】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明はこのような問題点に鑑みてなされたもので、V/G値を制御して単結晶を引上げる際に、より正確に所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有するV/G値を決定する

ことができ、より確実に所望品質の単結晶を引上げることができる単結晶の製造方法を提供することを目的とする。

【0016】

【課題を解決するための手段】

本発明は、上記課題を解決するためになされたもので、チョクラルスキー法により原料融液から種結晶を引上げて単結晶を製造する方法において、単結晶を引上げる際の引上げ速度を $V$  ( $\text{mm}/\text{min}$ )、固液界面の温度勾配を $G$  ( $\text{K}/\text{mm}$ )、ルツボと原料融液の界面での最高温度を $T_{\text{max}}$  ( $^{\circ}\text{C}$ )とした時、少なくとも $T_{\text{max}}$  ( $^{\circ}\text{C}$ )に応じて所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する $V/G$ 値 ( $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ )の範囲を決定し、その決定した範囲に $V/G$  ( $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ )の値を制御して単結晶を引上げることとを特徴とする単結晶の製造方法を提供する(請求項1)。

【0017】

このように、少なくとも $T_{\text{max}}$  ( $^{\circ}\text{C}$ )に応じて所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する $V/G$ 値 ( $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ )の値を修正してその範囲を決定し、その決定した範囲に $V/G$  ( $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ )の値を制御して単結晶を引上げることで、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する $V/G$ 値 ( $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ )をより正確に決定することができるため、所望欠陥領域及び／又は無欠陥領域の単結晶をより確実に引上げることができる。また、様々な単結晶装置に応じた所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する $V/G$ 値を正確に予想できる他、単結晶製造装置を設計する際にも有用である。そして、これによって、所望品質を有する単結晶を効率良く製造することができる。

尚、ここで、固液界面の温度勾配 $G$  ( $\text{K}/\text{mm}$ )とは、原料の融点(シリコンの場合 $1412^{\circ}\text{C}$ )～ $1400^{\circ}\text{C}$ の範囲での温度勾配のことを言う。また、 $V/G$ 値 ( $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ )の制御とは、結晶の径方向はほぼ全域(外周辺 $0\sim 2\text{cm}$ は外方拡散領域なので除く)に渡る $V/G$ 値の制御のことを言う。

【0018】

この場合、前記 $V/G$ 値 ( $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ )を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.38$ 未満の範囲に制御して単結晶を引上げることができる(請求項2)。

【0019】

このように、 $V/G$ 値 ( $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ )を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.38$ 未満の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にN領域及び／又はOSF領域を有する単結晶を製造することができる。より好ましくは、 $V/G$ 値 ( $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ )を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.37$ 以下の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にN領域を有する単結晶を製造することができる。

【0020】

この場合、前記 $V/G$ 値 ( $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ )を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.38$ 以上の範囲に制御して単結晶を引上げることができる(請求項3)。

【0021】

このように、前記 $V/G$ 値 ( $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ )を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.38$ 以上の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にOSFリングを外方に排除した単結晶を製造することができる。

【0022】

この場合、前記 $V/G$ 値 ( $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ )を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.35$ 以下の範囲に制御して単結晶を引上げることができる(請求項4)。

【0023】

このように、 $V/G$ 値 ( $\text{mm}^2/\text{K} \cdot \text{min}$ )を、 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{\text{max}} + 1.35$ 以下の範囲に制御して単結晶を引上げ

ることで、確実にCuデボ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造することができる。

【0024】

この場合、前記Tmax(℃)を、1560℃以下の範囲として単結晶を上げるのが好ましい(請求項5)。

【0025】

このように、Tmax(℃)を、1560℃以下の範囲とすることで、V/G値を十分に大きいものとすることができる。従って、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する単結晶を上げる際の引上げ速度V(mm/min)を十分に速めることができ、単結晶の生産性を十分に高めることができる。

【0026】

この場合、前記Tmax(℃)を、少なくとも、原料融液を収容するルツボと該ルツボを囲繞するように配置されたヒーターとの間に断熱材を設けること、又はルツボ底面部に断熱材を配設することにより変更することができる(請求項6)。

【0027】

このように、少なくとも、原料融液を収容するルツボと該ルツボを囲繞するように配置されたヒーターとの間に断熱材を設けること、又はルツボ底面部に断熱材を配設することにより、Tmax(℃)を、所望温度に変更することができる。

【0028】

この場合、前記単結晶をシリコンとすることができる(請求項7)。

【0029】

本発明の単結晶の製造方法は、近年、単結晶製造装置が多様化し、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有するV/G値を正確に決定することが困難となっている上に、品質に対する要求が厳しいものとなっているシリコン単結晶を製造するのに、特に適している。

【0030】

この場合、前記単結晶の直径を200mm以上とすることができる(請求項8)。

【0031】

本発明の単結晶の製造方法は、近年、需要が高まり、品質に対する要求も厳しくなっている直径200mm以上の単結晶を製造するのに、特に有効である。

【0032】

そして、このような本発明の単結晶の製造方法で製造された単結晶は、高品質なものである(請求項9)。

【0033】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明者らは、実験やシミュレーションなどを駆使して鋭意調査を進めた結果、予想したV/G値と実際のV/G値が食い違う事例、例えば、同じ欠陥分布の単結晶であるが、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域の単結晶を上げるために予想した引上げ速度Vと実際の引上げ速度Vが異なる事例は、様々な形態の炉内構造(ホットゾーン：HZ)で所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域の単結晶を上げる場合に、各々のHZに応じてその領域を有するV/G値が異なることが原因であることを見出した。そこで、本発明者らは、様々なHZで共通して用いることのできるパラメーターを見出すことができれば、そのパラメーターを用いることで、各々のHZに応じてより適切なV/G値を決定することができることに想到し、本発明を完成させた。

【0034】

すなわち、本発明は、チョクラルスキー法により原料融液から種結晶を引上げて単結晶を製造する方法において、単結晶を上げる際の引上げ速度をV(mm/min)、固液界面(原料の融点～1400℃)の温度勾配をG(K/mm)、ルツボと原料融液の界面で

の最高温度を $T_{max}$  (°C)とした時、少なくとも $T_{max}$  (°C)に応じて所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する $V/G$ 値 ( $mm^2/K \cdot min$ ) の範囲を決定し、その決定した範囲に $V/G$  ( $mm^2/K \cdot min$ ) の値を結晶の径方向ほぼ全域 (外周辺0~2cmは除く) に渡り制御して単結晶を引上げることを特徴とする単結晶の製造方法を提供する。

#### 【0035】

このように、本発明では、様々なHZで共通して用いることのできるパラメーターとして $V/G$ 値の他にルツボと原料融液の界面での最高温度 $T_{max}$  (°C)を用いる。この $T_{max}$  (°C)は、例えば、ルツボの底から外周に向かって2cm刻みで熱電対を配置して温度を測定することで得ることができるし、また、シミュレーションにより計算して求めることもできる。

#### 【0036】

ここで、図4は、Nv領域とNi領域の境界の $V/G$ 値と $T_{max}$  (°C) の関係を示すグラフである。図4から明らかなように、 $V/G$ 値と $T_{max}$  (°C) はきれいな相関があり、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する $V/G$ 値を決定する際の、極めて有用なパラメーターであることが判る。すなわち、制御すべき $V/G$ 値を決定するには、 $T_{max}$  (°C) による補正が必要である。

#### 【0037】

したがって、少なくとも $T_{max}$  (°C) に応じて所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する $V/G$ 値 ( $mm^2/K \cdot min$ ) の範囲を決定し、その決定した範囲に $V/G$  ( $mm^2/K \cdot min$ ) の値を制御して単結晶を引上げることで、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域の単結晶を確実に引上げることができる。また、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する $V/G$ 値 ( $mm^2/K \cdot min$ ) を、様々なHZのそれぞれに応じてより正確に決定することができるため、どのようなHZを有する装置を用いても、効率良く所望品質の結晶を得ることができるし、単結晶製造装置を設計する際にも有用である。

#### 【0038】

そこで、所望欠陥領域及び／又は無欠陥領域の単結晶となる $V/G$ 値と $T_{max}$ の範囲について、さらに詳細に調査した結果を図3に示す。図3(a)は、N領域及びOSF領域となる $V/G$ 値と $T_{max}$ の範囲を示すグラフである。また、図3(b)は、V領域となる $V/G$ 値と $T_{max}$ の範囲を示すグラフである。さらに、図3(c)は、Cuデポ欠陥領域のないN領域となる $V/G$ 値と $T_{max}$ の範囲を示すグラフである。

#### 【0039】

図3(a)から明らかなように、 $V/G$ 値 ( $mm^2/K \cdot min$ ) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{max} + 1.38$ 未満の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にN領域及び／又はOSF領域を有する単結晶を製造することができる。

より好ましくは、 $V/G$ 値 ( $mm^2/K \cdot min$ ) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{max} + 1.37$ 以下の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にN領域を有する単結晶を製造することができる。

#### 【0040】

また、図3(b)から明らかなように、 $V/G$ 値 ( $mm^2/K \cdot min$ ) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.38$ 以上の範囲に制御して単結晶を引上げることで、確実にOSFリングを外方に排除した単結晶を製造することができる。

#### 【0041】

さらに、図3(c)から明らかなように、 $V/G$ 値 ( $mm^2/K \cdot min$ ) を、 $-0.000724 \times T_{max} + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times T_{max} + 1.35$ 以下の範囲に制御して単結晶を引上げることで、より確実にCuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造することができる。

#### 【0042】



また、図3 (a) ~ (c) を見て判るように、 $T_{max}$  (°C) を、1560°C以下の範囲とすることで、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する $V/G$ 値 ( $mm^2/K \cdot min$ ) を十分に高いものとすることができる。例えば、図3 (a) 及び図3 (c) から、 $T_{max}$  (°C) を1560°C以下とすれば、I領域とN領域の境界の $V/G$ 値 ( $mm^2/K \cdot min$ ) を0.18以上と高いものにできることが判る。したがって、生産性良く所望品質の単結晶を製造することができるようになる。

【0043】

尚、ルツボと原料融液の界面での最高温度 $T_{max}$  (°C) は、 $HZ$ を変えることにより変更することができる。

例えば、少なくとも、原料融液を収容するルツボと該ルツボを圍繞するように配置されたヒーターとの間に断熱材を設けること、又はルツボ底面部に断熱材を配設することにより所望範囲に変更することができる。

【0044】

このうち、ルツボ底面部及び側面部に断熱材が配設された単結晶製造装置を図1に示す。この単結晶製造装置1は、ルツボ底面部及び側面部に断熱材17を配設した以外は、図2で示した単結晶製造装置とほとんど同じである。すなわち、ここでは、単結晶製造装置1のうち、メインチャンバー2内の、単結晶4、原料融液6、石英ルツボ7、黒鉛ルツボ8、シャフト9、黒鉛ヒーター10、断熱部材11、黒鉛筒13、断熱材14、そしてルツボの断熱材17を示している。これらのうち、特に、ルツボの断熱材17の数、大きさ、位置、素材等を変えて配設することにより $T_{max}$  (°C) を所望範囲に変更することができる。

【0045】

また、 $T_{max}$  (°C) は、ルツボサイズを変えることにより変更することもできる。例えば、ルツボのサイズをより小さくすれば、 $T_{max}$  (°C) をより低くすることができ、したがって、図6に示すようにルツボサイズを小さくすることで所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する $V/G$ 値をより高く設定することができる。ルツボのサイズを、例えば、引上げる単結晶直径より大きく、かつ2.5倍以下の範囲にすることで、 $T_{max}$  (°C) を十分に低くすることができ、したがって、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する $V/G$ 値を十分に高い範囲に設定できる。

【0046】

以上のような本発明の単結晶の製造方法は、近年ますます単結晶製造装置が多様化し、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する $V/G$ 値を正確に予想することが困難となっている上に、品質に対する要求が厳しいものとなっているシリコン単結晶を製造するのに、特に適している。

【0047】

さらに、本発明の単結晶の製造方法は、近年、需要が高まり、品質に対する要求も厳しくなっている直径200mm以上の単結晶を製造するのに、特に有効である。

【0048】

そして、このような本発明の単結晶の製造方法で製造された単結晶は、高品質なものである。

【0049】

【実施例】

以下、本発明を、実施例を挙げて具体的に説明する。

(実施例1)

図1に示したような単結晶製造装置(ルツボ口径600mm(24インチ))を用いて、直径8インチ(200mm)のシリコン単結晶を全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となるように引上げることとした。

そのために、まず、ルツボ底面部及び側面部に断熱材を配設し、ルツボと原料融液の界面での最高温度 $T_{max}$  (°C) を、1514°Cに設定した。このように設定した $T_{max}$  (°C) から、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造するためには、 $V/G$ 値

( $\text{mm}^2/\text{K}\cdot\text{min}$ )の範囲を、 $0.21$ 以上 $0.25$ 以下( $-0.000724\times 1514+1.31$ 以上 $-0.000724\times 1514+1.35$ 以下)の範囲にすれば良い(図3(c)参照)。したがって、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となる単結晶を上げるために、 $V/G$ 値( $\text{mm}^2/\text{K}\cdot\text{min}$ )の範囲を、安全を取って $0.22$ 以上 $0.24$ 以下の範囲に決定した。次に、この決定した $V/G$ 値( $\text{mm}^2/\text{K}\cdot\text{min}$ )の範囲に制御して単結晶を上げた。すなわち、この単結晶製造装置AのHZでは、固液界面の温度勾配Gが、 $2.337\text{K}/\text{mm}$ であったため、引上げ速度Vを $0.51\text{mm}/\text{min}$ 以上 $0.56\text{mm}/\text{min}$ の範囲に制御して上げた。このようにして上げたシリコン単結晶は、検査の結果、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域であり、優れた品質のものであった。

【0050】

(実施例2)

実施例1と同様の単結晶製造装置を用いて、直径8インチ(200mm)のシリコン単結晶を全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となるように引上げることとした。ただし、ルツボと原料融液の界面での最高温度 $T_{\text{max}}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )を変更するための断熱材を設けなかった。

この単結晶製造装置は、ルツボと原料融液の界面での最高温度 $T_{\text{max}}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )が $1560^{\circ}\text{C}$ であった。この $T_{\text{max}}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )から、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造するためには、 $V/G$ 値( $\text{mm}^2/\text{K}\cdot\text{min}$ )の範囲を、 $0.18$ 以上 $0.22$ 以下( $-0.000724\times 1560+1.31$ 以上 $-0.000724\times 1560+1.35$ 以下)の範囲にすれば良い。したがって、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となる単結晶を上げるために、 $V/G$ 値( $\text{mm}^2/\text{K}\cdot\text{min}$ )の範囲を、安全を見て、 $0.19$ 以上 $0.21$ 以下の範囲に決定した。次に、この決定した $V/G$ 値( $\text{mm}^2/\text{K}\cdot\text{min}$ )の範囲に制御して単結晶を上げた。すなわち、この単結晶製造装置のHZでは、固液界面の温度勾配Gが、 $2.500\text{K}/\text{mm}$ であったため、引上げ速度Vを $0.48\text{mm}/\text{min}$ 以上 $0.53\text{mm}/\text{min}$ の範囲に制御して上げた。

このようにして上げたシリコン単結晶は、検査の結果、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域であり、優れた品質のものであった。

【0051】

(実施例3)

実施例1、2の単結晶製造装置とは異なる単結晶製造装置(ルツボの口径が750mm(30インチ))を用いて、直径8インチ(200mm)のシリコン単結晶を全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となるように引上げることとした。

この単結晶製造装置は、ルツボと原料融液の界面での最高温度 $T_{\text{max}}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )が $1600^{\circ}\text{C}$ であった。この $T_{\text{max}}$ ( $^{\circ}\text{C}$ )から、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造するためには、 $V/G$ 値( $\text{mm}^2/\text{K}\cdot\text{min}$ )の範囲を、 $0.15$ 以上 $0.19$ 以下( $-0.000724\times 1600+1.31$ 以上 $-0.000724\times 1600+1.35$ 以下)の範囲にすれば良い。したがって、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となる単結晶を上げるために、 $V/G$ 値( $\text{mm}^2/\text{K}\cdot\text{min}$ )の範囲を、安全を見込んで、 $0.16$ 以上 $0.18$ 以下の範囲に決定した。次に、この決定した $V/G$ 値( $\text{mm}^2/\text{K}\cdot\text{min}$ )の範囲に制御して単結晶を上げた。すなわち、この単結晶製造装置のHZでは、固液界面の温度勾配Gが、 $2.674\text{K}/\text{mm}$ であったため、引上げ速度Vを $0.43\text{mm}/\text{min}$ 以上 $0.48\text{mm}/\text{min}$ の範囲に制御して上げた。

このようにして上げたシリコン単結晶は、検査の結果、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域であり、優れた品質のものであった。

【0052】

(実施例4)

実施例1とほぼ同じ単結晶製造装置を用いて、直径8インチ(200mm)のシリコン単結晶を全面無欠陥領域ではなく、OSFリングを外方に排除して、結晶の径方向ほぼ全面がV領域となるように引上げることとした。ただし、ここで用いた単結晶製造装置は、原

料融液6の表面と断熱材14の下端との距離が実施例1の単結晶製造装置と比較して半分の距離になるように断熱材14の位置を調節したものである。

この単結晶製造装置は、ルツボと原料融液の界面での最高温度 $T_{max}$  (°C) が1514°Cであった。この $T_{max}$  (°C) から、結晶の径方向ほぼ全面がV領域を有する単結晶を製造するためには、 $V/G$ 値 ( $mm^2/K \cdot min$ ) の範囲を、0.28以上 ( $-0.000724 \times 1514 + 1.38$ 以上) の範囲にすれば良い。また、 $V/G$ 値 ( $mm^2/K \cdot min$ ) は、単結晶が変形しないで育成できる範囲である1.90以下 ( $-0.000724 \times 1514 + 3.0$ 以下) の範囲にする必要がある。したがって、結晶の径方向ほぼ全面がV領域を有する単結晶を上げるために、 $V/G$ 値 ( $mm^2/K \cdot min$ ) の範囲を、安全を見込んで、0.29以上0.31以下の範囲に決定した。次に、この決定した $V/G$ 値 ( $mm^2/K \cdot min$ ) の範囲に制御して単結晶を上げた。すなわち、この単結晶製造装置のHZでは、固液界面の温度勾配の最大 $G$ が、4.07K/mmであったため、引上げ速度 $V$ を1.18mm/min以上1.26mm/min以下の範囲に制御して上げた。

このようにして上げたシリコン単結晶は、検査の結果、単結晶の径方向ほぼ全面で確実にOSFリングを排除したものとできることを確認できた。

#### 【0053】

実施例1〜3から判るように、ルツボと原料融液界面での最高温度 $T_{max}$  (°C) を、 $V/G$ 値を決定する際のパラメーターとして用いることで、それぞれの単結晶製造装置に応じて、Cuデボ欠陥領域のないN領域を有する $V/G$ 値を正確に決定することができた。したがって、このように決定した $V/G$ 値に制御することで、Cuデボ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を確実に上げることができる。また、実施例1、2から判るように、断熱材を配設して、 $T_{max}$  (°C) を低い温度に変更することで、Cuデボ欠陥領域のないN領域を有する $V/G$ 値を高くすることができた。したがって、引上げ速度 $V$ を速めに設定することができ、単結晶の生産性を上げることができた。

#### 【0054】

尚、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

#### 【0055】

例えば本発明では窒素やカーボン等の不純物を添加しない場合（ノンドープ）の単結晶を製造する方法について説明したが、窒素やカーボンなどの不純物を添加する場合、 $V/G$ 値がノンドープとは大きく異なるが、このような場合にも、 $T_{max}$ とは同様の関係にあり、それぞれの不純物、そしてそれらの濃度で変化する欠陥領域に対する $V/G$ 値に対して $T_{max}$ による補正を加えることも、本発明の範囲に包含される。

#### 【0056】

##### 【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、 $V/G$ 値を制御して単結晶を上げる際に、所望欠陥領域及び／又は所望無欠陥領域を有する $V/G$ 値をより正確に決定することができ、より確実に所望品質の単結晶を生産性よく上げることができる。

##### 【図面の簡単な説明】

【図1】ルツボ底面部及び側面部に断熱材が配設された単結晶製造装置の概略断面図である。

【図2】通常の単結晶製造装置の概略断面図である。

【図3】所望欠陥領域及び／又は無欠陥領域の単結晶となる $V/G$ 値と $T_{max}$ の範囲について示したグラフである。(a) N領域及びOSF領域となる $V/G$ 値と $T_{max}$ の範囲、

(b) V領域となる $V/G$ 値と $T_{max}$ の範囲、

(c) Cuデボ欠陥領域のないN領域となる $V/G$ 値と $T_{max}$ の範囲。

【図4】Nv領域とNi領域の境界の $V/G$ 値と $T_{max}$  (°C) の関係を示すグラフであ

る。

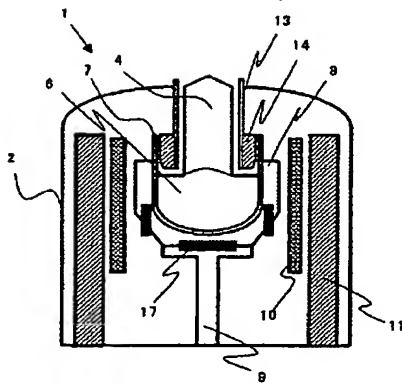
【図5】成長速度と結晶の欠陥分布を示す説明図である。

【図6】Nv領域とNi領域の境界のV/G値とルツボ口径の関係を示すグラフである。

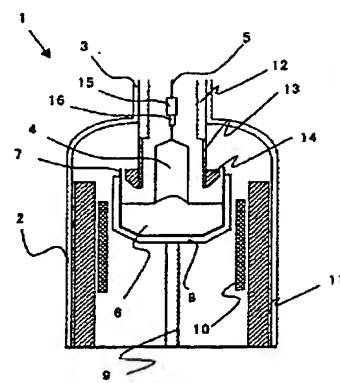
【符号の説明】

- 1…単結晶製造装置、 2…メインチャンバー、 3…引上げチャンバー、  
 4…単結晶、 5…ワイヤー、 6…原料融液、 7…石英ルツボ、  
 8…黒鉛ルツボ、 9…シャフト、 10…黒鉛ヒーター、  
 11…断熱部材、 12…冷却筒、 13…黒鉛筒、 14…断熱材、  
 15…種ホルダー、 16…種結晶、 17…断熱材。

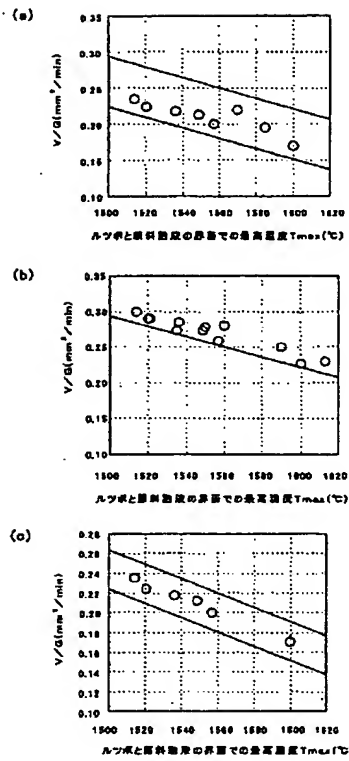
【図1】



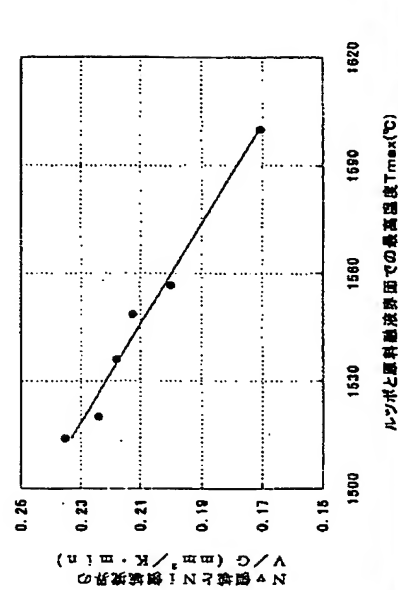
【図2】



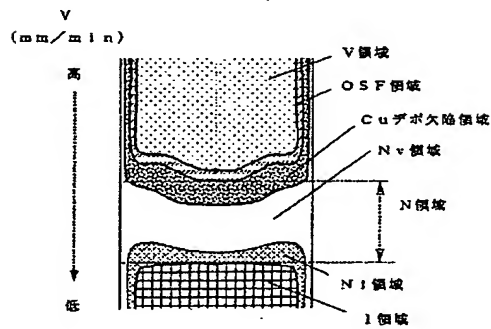
【図3】



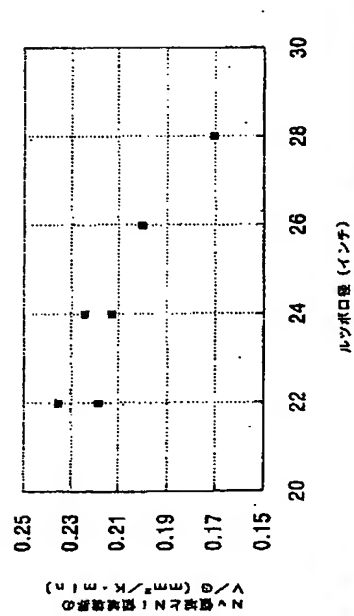
【図4】



【図5】



【図6】



## 【手続補正書】

【提出日】平成16年4月20日(2004.4.20)

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0049

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0049】

【実施例】

以下、本発明を、実施例を挙げて具体的に説明する。

(実施例1)

図1に示したような単結晶製造装置(ルツボ口径600mm(24インチ))を用いて、直径8インチ(200mm)のシリコン単結晶を全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となるように引上げることとした。

そのために、まず、ルツボ底部及び側面部に断熱材を配設し、ルツボと原料融液の界面での最高温度 $T_{max}$ (℃)を、1514℃に設定した。このように設定した $T_{max}$ (℃)から、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造するためには、 $V/G$ 値( $mm^2/K \cdot min$ )の範囲を、0.21以上0.25以下( $-0.000724 \times 1514 + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times 1514 + 1.35$ 以下)の範囲にすれば良い(図3(c)参照。)。したがって、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となる単結晶を引上げるために、 $V/G$ 値( $mm^2/K \cdot min$ )の範囲を、安全を取って0.22以上0.24以下の範囲に決定した。次に、この決定した $V/G$ 値( $mm^2/K \cdot min$ )の範囲に制御して単結晶を引上げた。すなわち、この単結晶製造装置AのHZでは、固液界面の温度勾配Gが、2.337K/mmであったため、引上げ速度Vを0.51mm/min以上0.56mm/min以下の範囲に制御して引上げた。

このようにして引上げたシリコン単結晶は、検査の結果、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域であり、優れた品質のものであった。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0050

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0050】

(実施例2)

実施例1と同様の単結晶製造装置を用いて、直径8インチ(200mm)のシリコン単結晶を全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となるように引上げることとした。ただし、ルツボと原料融液の界面での最高温度 $T_{max}$ (℃)を変更するための断熱材を設けなかった。

この単結晶製造装置は、ルツボと原料融液の界面での最高温度 $T_{max}$ (℃)が1560℃であった。この $T_{max}$ (℃)から、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造するためには、 $V/G$ 値( $mm^2/K \cdot min$ )の範囲を、0.18以上0.22以下( $-0.000724 \times 1560 + 1.31$ 以上 $-0.000724 \times 1560 + 1.35$ 以下)の範囲にすれば良い。したがって、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となる単結晶を引上げるために、 $V/G$ 値( $mm^2/K \cdot min$ )の範囲を、安全を見て、0.19以上0.21以下の範囲に決定した。次に、この決定した $V/G$ 値( $mm^2/K \cdot min$ )の範囲に制御して単結晶を引上げた。すなわち、この単結晶製造装置のHZでは、固液界面の温度勾配Gが、2.500K/mmであったため、引上げ速度Vを0.48mm/min以上0.53mm/min以下の範囲に制御して引上げた。

このようにして引上げたシリコン単結晶は、検査の結果、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域であり、優れた品質のものであった。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0051

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0051】

(実施例3)

実施例1、2の単結晶製造装置とは異なる単結晶製造装置（ルツボの口径が750mm（30インチ））を用いて、直径8インチ（200mm）のシリコン単結晶を全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となるように引上げることとした。

この単結晶製造装置は、ルツボと原料融液の界面での最高温度 $T_{max}$ （℃）が1600℃であった。この $T_{max}$ （℃）から、Cuデポ欠陥領域のないN領域を有する単結晶を製造するためには、 $V/G$ 値（ $\text{mm}^2/\text{K}\cdot\text{min}$ ）の範囲を、0.15以上0.19以下（ $-0.000724\times1600+1.31$ 以上 $-0.000724\times1600+1.35$ 以下）の範囲にすれば良い。したがって、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域となる単結晶を引上げるために、 $V/G$ 値（ $\text{mm}^2/\text{K}\cdot\text{min}$ ）の範囲を、安全を見込んで、0.16以上0.18以下の範囲に決定した。次に、この決定した $V/G$ 値（ $\text{mm}^2/\text{K}\cdot\text{min}$ ）の範囲に制御して単結晶を引上げた。すなわち、この単結晶製造装置のHZでは、固液界面の温度勾配 $G$ が、 $2.674\text{K}/\text{mm}$ であったため、引上げ速度 $V$ を $0.43\text{mm}/\text{min}$ 以上 $0.48\text{mm}/\text{min}$ 以下の範囲に制御して引上げた。

このようにして引上げたシリコン単結晶は、検査の結果、全面Cuデポ欠陥領域のないN領域であり、優れた品質のものであった。

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**(11)Publication number : **2004-338979**(43)Date of publication of application : **02.12.2004**

(51)Int.Cl.

**C30B 29/06****C30B 15/20**(21)Application number : **2003-135085**(71)Applicant : **SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD**(22)Date of filing : **13.05.2003**(72)Inventor : **IIDA MAKOTO****(54) METHOD FOR MANUFACTURING SINGLE CRYSTAL, AND SINGLE CRYSTAL****(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for manufacturing a single crystal, by which a value of  $V/G$  having a desired defect area and/or a desired defect-free area can be determined more precisely when the single crystal is pulled by controlling the value of  $V/G$ , and a desired quality single crystal can be pulled more exactly.

**SOLUTION:** In the method for manufacturing the single crystal by pulling a seed crystal from a raw material melt by the Czochralski method, when the pulling speed at the time of pulling the single crystal is defined as  $V(\text{mm/min})$ , the temperature gradient of the solid-liquid interface is defined as  $G(\text{K/mm})$ , and the maximum temperature at the interface between a crucible and the raw material melt is defined as  $T_{\text{max}}(^{\circ}\text{C})$ , a range of the values of  $V/G(\text{mm}^2/\text{K}\times\text{min})$  having the desired defect area and/or the desired defect-free area depending on at least  $T_{\text{max}}(^{\circ}\text{C})$  is determined, and the single crystal is pulled by controlling the value of  $V/G(\text{mm}^2/\text{K}\times\text{min})$  to be within the determined range.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

**17.01.2005**

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1]

In the approach of pulling up seed crystal from raw material melt with the Czochralski method, and manufacturing a single crystal The temperature gradient of V (mm/min) and a solid-liquid interface for the pull-up rate at the time of pulling up a single crystal G (K/mm), When the maximum temperature in the interface of a crucible and raw material melt is set to Tmax (degree C), the range of V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) which has a request defective field and/or a request defect-free field according to Tmax (degree C) at least is determined. The manufacture approach of the single crystal characterized by controlling the value of V/G (mm<sup>2</sup>/K-min) in the determined range, and pulling up a single crystal.

[Claim 2]

The manufacture approach of the single crystal according to claim 1 characterized by controlling said V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) in the range below more than  $-0.000724 \times T_{\max} + 1.31$  -  $0.000724 \times T_{\max} + 1.38$ , and pulling up a single crystal.

[Claim 3]

The manufacture approach of the single crystal according to claim 1 characterized by controlling said V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) in the range beyond  $-0.000724 \times T_{\max} + 1.38$ , and pulling up a single crystal.

[Claim 4]

The manufacture approach of the single crystal according to claim 1 characterized by controlling said V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) in the range not more than more than  $-0.000724 \times T_{\max} + 1.31$  -  $0.000724 \times T_{\max} + 1.35$ , and pulling up a single crystal.

[Claim 5]

The manufacture approach of a single crystal given in any 1 term of claim 1 characterized by pulling up a single crystal for said Tmax (degree C) as range of 1560 degrees C or less thru/or claim 4.

[Claim 6]

The manufacture approach of a single crystal given in any 1 term of claim 1 characterized by to prepare a heat insulator between the heaters arranged so that the crucible and this crucible which hold raw material melt for said Tmax (degree C) at least may be surrounded, or changing by arranging a heat insulator in a crucible bottom surface part thru/or claim 5.

[Claim 7]

The manufacture approach of a single crystal given in any 1 term of claim 1 characterized by using said single crystal as silicon thru/or claim 6.

[Claim 8]

The manufacture approach of a single crystal given in any 1 term of claim 1 characterized by setting the diameter of said single crystal to 200mm or more thru/or claim 7.

[Claim 9]

The single crystal manufactured by the approach given in any 1 term of claim 1 thru/or claim 8.

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]

This invention relates to the approach of manufacturing the single crystal of a request defective field and/or a request defect-free field especially, about the manufacture approach of the single crystal by the Czochralski method.

[0002]

[Description of the Prior Art]

The single crystal used as a substrate of a semiconductor device has a silicon single crystal, and is mainly manufactured by the Czochralski method (it is called Czochralski Method and a following CZ process for short).

[0003]

In case a single crystal is manufactured by the CZ process, it is manufactured using the single crystal manufacturing installation 1 as shown in drawing 2. This single crystal manufacturing installation 1 has the member for holding and fusing raw material polycrystal like silicon, the heat insulation member for intercepting heat, etc., and these are held in the Maine chamber 2. From the head-lining section of the Maine chamber 2, the pull-up chamber 3 extended upwards is connected, and the device (un-illustrating) in which a single crystal 4 is pulled up with a wire 5 is prepared in this upper part.

[0004]

The graphite crucible 8 which supports the quartz crucible 7 which holds the raw material melt 6 by which melting was carried out in the Maine chamber 2, and its quartz crucible 7 is formed, and these crucibles 7 and 8 are supported with the shaft 9 free [ rotation rise and fall ] by the drive (un-illustrating). He is trying for the drive of these crucibles 7 and 8 to raise crucibles 7 and 8 by oil-level fall that the oil-level fall of the raw material melt 6 accompanying a pull-up of a single crystal 4 should be compensated.

[0005]

And the graphite heater 10 for carrying out melting of the raw material is arranged so that crucibles 7 and 8 may be surrounded. In order to prevent that the heat from the graphite heater 10 is directly radiated on the Maine chamber 2, it is prepared in the outside of this graphite heater 10 so that the heat insulation member 11 may enclose that perimeter.

[0006]

Moreover, the graphite cylinder 13 is formed in the cooling dome 12 which cools the single crystal pulled up, and its lower part, and it enables it to cool the single crystal which carried out the lower stream of a river of the coolant gas, and pulled up it from the upper part to this. Furthermore, while forming a heat insulator 14 and cutting the radiation from the front face of raw material melt 6 so that the outside lower limit of the graphite cylinder 13 may be countered with raw material melt 6, he is trying to keep warm the front face of raw material melt 6.

[0007]

Raw material polycrystal is held in the quartz crucible 7 arranged in the above single crystal manufacturing installations 1, it heats at the graphite heater 10, and melting of the polycrystal raw material in the quartz crucible 7 is carried out. Thus, the single crystal 4 which has a desired diameter and quality in the lower part of seed crystal 16 is raised by pulling up making the seed crystal 16 fixed with the seed electrode holder 15 which has connected the polycrystal raw material to the raw material melt 6 which carries out melting in the lower limit of a wire 5 \*\*\*\*, and rotating seed crystal 16 after that. Under the present circumstances, after making seed crystal 16 \*\*\*\* to raw material melt 6, perform the so-called seed diaphragm (necking) which

makes a diameter once thin at about 3mm, and forms a converging section, and subsequently to desired aperture, it is made to grow fat until it becomes, and the crystal of a non-rearrangement is pulled up.  
[0008]

The silicon single crystal manufactured by such CZ process is mainly used for manufacture of a semiconductor device. In recent years, in the semiconductor device, high integration progresses and detailed-ization of a component is progressing. The problem of the Grown-in crystal defect introduced into crystal growth because detailed-ization of a component progresses is more important.

[0009]

Here, a Grown-in crystal defect is explained (refer to drawing 5 ).

In the silicon single crystal, when a crystal growth rate is a high speed comparatively, the field where Grown-in defects, such as FPD (Flow Pattern Defect) considered as the void reason to which the point defects of a hole mold gathered, and COP (Crystal Originated Particle), exist in high density throughout the direction of the diameter of a crystal, and these defects exist is called V (Vacancy) field. Moreover, if an OSF (oxidation induction stacking-fault, Oxidation Induced Stacking Fault) field will occur in the shape of a ring from the circumference of a crystal with the fall of a growth rate if the growth rate is lowered, and a growth rate is further made into a low speed, an OSF ring will contract and disappear at the core of a wafer. On the other hand, if a growth rate is further made into a low speed, the field where defects considered to be the dislocation loop reasons to which the silicon between grids gathered, such as LSEPD (Large Secco Etch Pit Defect) and LFPD (Large Flow Pattern Defect), exist in a low consistency, and this defect exists is called I (Interstitial) field.

[0010]

In recent years, existence of the field where LSEPD of the silicon reason between grids, LFPD, etc. do not exist as for FPD of a hole reason on the outside of an OSF ring, COP, etc. is discovered in the middle of V field and an I region. This field is called N (neutral, Neutral) field. Moreover, if this N field is classified further, there is a nickel field (field with much silicon between grids) contiguous to Nv field (field with many holes) contiguous to the outside of an OSF ring and an I region, and in Nv field, when thermal oxidation processing is carried out, there are many amounts of precipitation of oxygen, and it turns out that there is almost no precipitation of oxygen in nickel field.

Furthermore, it is found out after thermal oxidation processing that a part of Nv field which precipitation of oxygen tends to generate has the field (it considers as Cu depository defective field hereafter.) which the defect detected by Cu deposition processing generates remarkably, and it turns out that this becomes the cause of degrading an electrical property like an oxide-film proof-pressure property.

[0011]

These Grown-in defects are considered that the amount of installation is determined with a parameter called a pull-up rate (V), and V/G value which is the ratio of the temperature gradient (G) of a solid-liquid interface (for example, nonpatent literature 1 reference.). That is, if a pull-up rate and a temperature gradient are adjusted so that V/G value may become fixed, a single crystal can be pulled up in a desired defective field or a desired defect-free field.

[0012]

For example, in case a silicon single crystal is pulled up, pulling up the single crystal which controls V/G value, and has a nucleus in an OSF ring or an OSF ring in pulling up a defect-free single crystal (for example, patent reference 1 reference.) and a field, and has gettering capacity (for example, patent reference 2 reference.) etc. is indicated. Moreover, controlling V/G value, adding nitrogen further, and raising the silicon single crystal of an I region (for example, patent reference 3 reference.) or adding nitrogen similarly and raising a single crystal with uniform size of the defect in a single crystal, consistency, and distribution (for example, patent reference 4 reference.) are indicated. And the wafer of the wafer of N field which eliminated V field and the I region from the whole surface, the wafer which has arranged OSF on the periphery, or N field without Cu depository defective field etc. can be manufactured from the single crystal manufactured in this way, for example.

[0013]

However, although V/G value which actually investigates defective distribution and has this field were calculated and the single crystal was pulled up with calculated its V/G value when the whole surface pulled up the single crystal of N field, for example, many examples from which prospective V/G value, and V/G value which can actually obtain the single crystal of a whole surface N field differ existed. If the pull-up rate V was not made into the low speed in fact than the rate V of anticipation in spite of having set up the structure in a furnace (hot zone: HZ) so that the temperature gradient G of a solid-liquid interface might

become large in order to pull-up speed up [ V ] and to raise the productivity of the single crystal of a request defective field and/or a request defect-free field especially, it was able to see, also when the single crystal of request quality was not able to be pulled up. Thus, there was a problem that a value with exact V/G value which has a request defective field and/or a request defect-free field was not clear, and it was difficult to obtain the single crystal of high quality efficiently.

[0014]

[Patent reference 1]

JP,11-147786,A

[Patent reference 2]

JP,2000-44388,A

[Patent reference 3]

JP,11-349394,A

[Patent reference 4]

JP,2002-57160,A

[Nonpatent literature 1]

V. V.Voronkov, Journal of CrystalGrowth, 59 (1982), 625-643

[0015]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]

In case this invention was made in view of such a trouble, controls V/G value and a single crystal is pulled up, V/G value which has a request defective field and/or a request defect-free field more correctly can be determined, and it aims at offering the manufacture approach of a single crystal that the single crystal of request quality can be pulled up more certainly.

[0016]

[Means for Solving the Problem]

In the approach of having been made in order that this invention might solve the above-mentioned technical problem, pulling up seed crystal from raw material melt with the Czochralski method, and manufacturing a single crystal The temperature gradient of V (mm/min) and a solid-liquid interface for the pull-up rate at the time of pulling up a single crystal G (K/mm), When the maximum temperature in the interface of a crucible and raw material melt is set to Tmax (degree C), the range of V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) which has a request defective field and/or a request defect-free field according to Tmax (degree C) at least is determined. The manufacture approach of the single crystal characterized by controlling the value of V/G (mm<sup>2</sup>/K-min) in the determined range, and pulling up a single crystal is offered (claim 1).

[0017]

Thus, correct the value of V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) which has a request defective field and/or a request defect-free field according to Tmax (degree C) at least, and the range is determined. By controlling the value of V/G (mm<sup>2</sup>/K-min) in the determined range, and pulling up a single crystal Since V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) which has a request defective field and/or a request defect-free field can be determined more correctly, the single crystal of a request defective field and/or a defect-free field can be pulled up more certainly. Moreover, V/G value which has the request defective field and/or request defect-free field according to various single crystal equipments can be expected correctly, and also it is useful in case a single crystal manufacturing installation is designed. And the single crystal which has request quality can be efficiently manufactured by this.

In addition, the temperature gradient G of a solid-liquid interface (K/mm) means the temperature gradient in the range of melting point (in case of silicon 1412 degrees C) -1400 degree C of a raw material here. moreover, control of V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) -- \*\*\*\*\* of a crystal -- the thing of control of V/G value mostly crossed to the whole region (they are removed since 0-2cm of periphery sides is an out-diffusion field) is said.

[0018]

In this case, said V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) can be controlled in the range below more than - 0.000724xTmax+1.31-0.000724xTmax+1.38, and a single crystal can be pulled up (claim 2).

[0019]

Thus, the single crystal which certainly has N field and/or an OSF field can be manufactured by controlling V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) in the range below more than -0.000724xTmax+1.31-0.000724xTmax+1.38, and pulling up a single crystal.

The single crystal which certainly has N field can be manufactured by controlling V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) in the range not more than more than -0.000724xTmax+1.31-0.000724xTmax+1.37, and pulling up a single

crystal more preferably.

[0020]

In this case, said V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) can be controlled in the range beyond  $-0.000724 \times T_{\max} + 1.38$ , and a single crystal can be pulled up (claim 3).

[0021]

Thus, the single crystal which eliminated the OSF ring to the method of outside certainly can be manufactured by controlling said V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) in the range beyond  $-0.000724 \times T_{\max} + 1.38$ , and pulling up a single crystal.

[0022]

In this case, said V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) can be controlled in the range not more than more than  $-0.000724 \times T_{\max} + 1.31 - 0.000724 \times T_{\max} + 1.35$ , and a single crystal can be pulled up (claim 4).

[0023]

Thus, the single crystal which has N field which does not have Cu depository defective field certainly can be manufactured by controlling V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) in the range not more than more than  $-0.000724 \times T_{\max} + 1.31 - 0.000724 \times T_{\max} + 1.35$ , and pulling up a single crystal.

[0024]

In this case, it is desirable to pull up a single crystal for said  $T_{\max}$  (degree C) as range of 1560 degrees C or less (claim 5).

[0025]

Thus, V/G value can be made large enough by making  $T_{\max}$  (degree C) into the range of 1560 degrees C or less. Therefore, it can fully pull-up speed up [ V ] at the time of pulling up the single crystal which has a request defective field and/or a request defect-free field (mm/min), and the productivity of a single crystal can fully be raised.

[0026]

In this case, it can change preparing a heat insulator between the heaters arranged so that the crucible and this crucible which hold raw material melt for said  $T_{\max}$  (degree C) at least may be surrounded, or by arranging a heat insulator in a crucible bottom surface part (claim 6).

[0027]

Thus,  $T_{\max}$  (degree C) can be changed into request temperature preparing a heat insulator between the heaters arranged so that the crucible and this crucible which hold raw material melt may be surrounded at least, or by arranging a heat insulator in a crucible bottom surface part.

[0028]

In this case, said single crystal can be used as silicon (claim 7).

[0029]

A single crystal manufacturing installation is diversified, the manufacture approach of the single crystal of this invention is difficult to determine correctly V/G value which has a request defective field and/or a request defect-free field upwards, and although the silicon single crystal with which the demand to quality is severe is manufactured, it is especially suitable in recent years.

[0030]

In this case, the diameter of said single crystal can be set to 200mm or more (claim 8).

[0031]

Need increases, and the manufacture approach of the single crystal of this invention is especially effective in recent years, although the single crystal with a diameter of 200mm or more with which the demand to quality is also severe is manufactured.

[0032]

And the single crystal manufactured by the manufacture approach of the single crystal of such this invention is quality (claim 9).

[0033]

[Embodiment of the Invention]

Hereafter, although the gestalt of operation of this invention is explained, this invention is not limited to these.

Although this invention persons are the single crystals of the example which prospective V/G value, and actual V/G value contradict as a result of advancing investigation wholeheartedly, making full use of an experiment, simulation, etc., for example, the same defective distribution The example which was expected in order to pull up the single crystal of a request defective field and/or a request defect-free field and from which it pulls up and a rate V and the actual pull-up rate V differ When pulling up the single crystal of a

request defective field and/or a request defect-free field with the structure in a furnace of various gestalten (hot zone: HZ), it found out that it was because V differs from the G value which has the field according to each HZ. Then, when the parameter which can be used in common by various HZ(s) could be found out, this invention persons hit on an idea for more suitable V/G value to be determined by using the parameter according to each HZ, and completed this invention.

[0034]

Namely, this invention is set to the approach of pulling up seed crystal from raw material melt with the Czochralski method, and manufacturing a single crystal. The temperature gradient of V (mm/min) and a solid-liquid interface (melting point -1400 degree C of a raw material) for the pull-up rate at the time of pulling up a single crystal G (K/mm), When the maximum temperature in the interface of a crucible and raw material melt is set to Tmax (degree C), the range of V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) which has a request defective field and/or a request defect-free field according to Tmax (degree C) at least is determined. the determined range -- the value of V/G (mm<sup>2</sup>/K-min) -- \*\*\*\*\* of a crystal -- the manufacture approach of the single crystal characterized by crossing to the whole region (except for 0-2cm of periphery sides) mostly, controlling, and pulling up a single crystal is offered.

[0035]

Thus, in this invention, the maximum temperature Tmax in the interface of a crucible and raw material melt other than V/G value (degree C) is used as a parameter which can be used in common by various HZ(s). This Tmax (degree C) can be obtained by arranging a thermocouple by 2cm unit toward a periphery from the bottom of a crucible, and measuring temperature, and it can calculate by simulation and it can also be calculated.

[0036]

Here, drawing 4 is a graph which shows V/G value of the boundary of Nv field and nickel field, and the relation of Tmax (degree C). V/G value, and Tmax (degree C) have beautiful correlation, and it turns out that it is a very useful parameter at the time of determining V/G value which has a request defective field and/or a request defect-free field so that clearly from drawing 4 . That is, in order to determine V/G value which should be controlled, amendment by Tmax (degree C) is required.

[0037]

Therefore, the single crystal of a request defective field and/or a request defect-free field can be certainly pulled up by determining the range of V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) which has a request defective field and/or a request defect-free field according to Tmax (degree C) at least, controlling the value of V/G (mm<sup>2</sup>/K-min) in the determined range, and pulling up a single crystal. Moreover, since V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) which has a request defective field and/or a request defect-free field can be more correctly determined according to each of various HZ(s), even if it uses the equipment which has what kind of HZ, it is useful, also in case the crystal of request quality can be obtained efficiently and a single crystal manufacturing installation is designed.

[0038]

Then, the result further investigated in the detail is shown in drawing 3 about the range of V/G value used as the single crystal of a request defective field and/or a defect-free field, and Tmax. Drawing 3 (a) is a graph which shows the range of V/G value used as N field and an OSF field, and Tmax. Moreover, drawing 3 (b) is a graph which shows the range of V/G value used as V field, and Tmax. Furthermore, drawing 3 (c) is a graph which shows the range of V/G value used as N field without Cu depository defective field, and Tmax.

[0039]

The single crystal which certainly has N field and/or an OSF field can be manufactured by controlling V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) in the range below more than  $-0.000724 \times T_{\max} + 1.31$  -  $0.000724 \times T_{\max} + 1.38$ , and pulling up a single crystal so that clearly from drawing 3 (a).

The single crystal which certainly has N field can be manufactured by controlling V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) in the range not more than more than  $-0.000724 \times T_{\max} + 1.31$  -  $0.000724 \times T_{\max} + 1.37$ , and pulling up a single crystal more preferably.

[0040]

Moreover, the single crystal which eliminated the OSF ring to the method of outside certainly can be manufactured by controlling V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) in the range beyond  $-0.000724 \times T_{\max} + 1.38$ , and pulling up a single crystal so that clearly from drawing 3 (b).

[0041]

Furthermore, the single crystal which has N field which does not have Cu depository defective field more

certainly can be manufactured by controlling V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) in the range not more than more than  $-0.000724 \times T_{\max} + 1.31 - 0.000724 \times T_{\max} + 1.35$ , and pulling up a single crystal so that clearly from drawing 3 (c).

[0042]

Moreover, V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) which has a request defective field and/or a request defect-free field can be made high enough by making T<sub>max</sub> (degree C) into the range of 1560 degrees C or less so that drawing 3 (a) - (c) may be seen and understood. For example, drawing 3 (a) and drawing 3 (c) show that V/G value of the boundary of 1560 degrees C or less, then an I region and N field (mm<sup>2</sup>/K-min) are made to 0.18 or more and a high thing by T<sub>max</sub> (degree C). Therefore, the single crystal of request quality can be manufactured now with sufficient productivity.

[0043]

In addition, the maximum temperature T<sub>max</sub> in the interface of a crucible and raw material melt (degree C) can be changed by changing HZ.

For example, it can change into the request range preparing a heat insulator between the heaters arranged so that the crucible and this crucible which hold raw material melt may be surrounded at least, or by arranging a heat insulator in a crucible bottom surface part.

[0044]

Among these, the single crystal manufacturing installation by which the heat insulator was arranged in the crucible bottom surface part and the lateral portion is shown in drawing 1. This single crystal manufacturing installation 1 is almost the same as the single crystal manufacturing installation shown by drawing 2 except having arranged the heat insulator 17 in the crucible bottom surface part and the lateral portion. That is, the single crystal 4 in the Maine chamber 2, raw material melt 6, the quartz crucible 7, a graphite crucible 8, a shaft 9, the graphite heater 10, the heat insulation member 11, the graphite cylinder 13, the heat insulator 14, and the heat insulator 17 of a crucible are shown among the single crystal manufacturing installations 1 here. T<sub>max</sub> (degree C) can be changed into the request range among these by changing and arranging the number of the heat insulators 17 of a crucible, magnitude, a location, a material, etc. especially.

[0045]

Moreover, T<sub>max</sub> (degree C) can also be changed by changing crucible size. For example, if size of a crucible is made smaller, V/G value which has a request defective field and/or a request defect-free field can be more highly set up by making crucible size small, as T<sub>max</sub> (degree C) can be made lower, therefore it is shown in drawing 6. the size of a crucible -- for example, it is larger than the single crystal diameter to pull up, and V/G value which can make T<sub>max</sub> (degree C) low enough, therefore has a request defective field and/or a request defect-free field by making it the range of 2.5 or less times can be set as the range high enough.

[0046]

A single crystal manufacturing installation diversifies increasingly the above manufacture approaches of the single crystal of this invention in recent years, it is difficult upwards to expect correctly V/G value which has a request defective field and/or a request defect-free field, and the demand to quality is especially suitable although the silicon single crystal used as a severe thing is manufactured.

[0047]

Furthermore, need increases, and the manufacture approach of the single crystal of this invention is especially effective in recent years, although the single crystal with a diameter of 200mm or more with which the demand to quality is also severe is manufactured.

[0048]

And the single crystal manufactured by the manufacture approach of the single crystal of such this invention is quality.

[0049]

[Example]

Hereafter, an example is given and this invention is explained concretely.

(Example 1)

It was presupposed using the single crystal manufacturing installation (crucible aperture of 600mm (24 inches)) as shown in drawing 1 that a silicon single crystal with a diameter of 8 inches (200mm) is pulled up so that it may become N field without a whole surface Cu depository defective field.

Therefore, first, the heat insulator was arranged in the crucible bottom surface part and the lateral portion, and the maximum temperature T<sub>max</sub> in the interface of a crucible and raw material melt (degree C) was set as 1514 degrees C. Thus, what is necessary is just to make the range of V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) into or



more 0.21 0.25 or less ( $-0.000724 \times 1514 + 1.35$  or less [  $-0.000724 \times 1514 + 1.31$  or more ]) range, in order to manufacture the single crystal which has N field without Cu depository defective field from set-up Tmax (degree C) (refer to drawing 3 (c)). Therefore, in order to pull up the single crystal used as N field without a whole surface Cu depository defective field, insurance was taken and the range of V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) was determined as or more 0.22 0.24 or less range. Next, it controlled in the range of this determined V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min), and the single crystal was pulled up. That is, in HZ of this single crystal manufacturing installation A, since the temperature gradient G of a solid-liquid interface was 2.337K/mm, the pull-up rate V was controlled and pulled up in the range of 0.51 or more mm/min 0.56 mm/min.

Thus, as a result of inspection, the silicon single crystal pulled up was N field without a whole surface Cu depository defective field, and was the outstanding thing of quality.

[0050]

(Example 2)

It was presupposed using the same single crystal manufacturing installation as an example 1 that a silicon single crystal with a diameter of 8 inches (200mm) is pulled up so that it may become N field without a whole surface Cu depository defective field. However, the heat insulator for changing the maximum temperature Tmax in the interface of a crucible and raw material melt (degree C) was not prepared.

The maximum temperature Tmax in the interface of a crucible and raw material melt of this single crystal manufacturing installation (degree C) was 1560 degrees C. What is necessary is just to make the range of V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) into or more 0.18 0.22 or less ( $-0.000724 \times 1560 + 1.35$  or less [  $-0.000724 \times 1560 + 1.31$  or more ]) range, in order to manufacture the single crystal which has N field without Cu depository defective field from this Tmax (degree C). Therefore, in order to pull up the single crystal used as N field without a whole surface Cu depository defective field, insurance was seen and the range of V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) was determined as or more 0.19 0.21 or less range. Next, it controlled in the range of this determined V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min), and the single crystal was pulled up. That is, in HZ of this single crystal manufacturing installation, since the temperature gradient G of a solid-liquid interface was 2.500K/mm, the pull-up rate V was controlled and pulled up in the range of 0.48 or more mm/min 0.53 mm/min.

Thus, as a result of inspection, the silicon single crystal pulled up was N field without a whole surface Cu depository defective field, and was the outstanding thing of quality.

[0051]

(Example 3)

It was presupposed using a different single crystal manufacturing installation (the aperture of a crucible is 750mm (30 inches)) from the single crystal manufacturing installation of examples 1 and 2 that a silicon single crystal with a diameter of 8 inches (200mm) is pulled up so that it may become N field without a whole surface Cu depository defective field.

The maximum temperature Tmax in the interface of a crucible and raw material melt of this single crystal manufacturing installation (degree C) was 1600 degrees C. What is necessary is just to make the range of V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) into or more 0.15 0.19 or less ( $-0.000724 \times 1600 + 1.35$  or less [  $-0.000724 \times 1600 + 1.31$  or more ]) range, in order to manufacture the single crystal which has N field without Cu depository defective field from this Tmax (degree C). Therefore, in order to pull up the single crystal used as N field without a whole surface Cu depository defective field, insurance was expected and the range of V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min) was determined as or more 0.16 0.18 or less range. Next, it controlled in the range of this determined V/G value (mm<sup>2</sup>/K-min), and the single crystal was pulled up. That is, in HZ of this single crystal manufacturing installation, since the temperature gradient G of a solid-liquid interface was 2.674K/mm, the pull-up rate V was controlled and pulled up in the range of 0.43 or more mm/min 0.48 mm/min.

Thus, as a result of inspection, the silicon single crystal pulled up was N field without a whole surface Cu depository defective field, and was the outstanding thing of quality.

[0052]

(Example 4)

the almost same single crystal manufacturing installation as an example 1 -- using -- a silicon single crystal with a diameter of 8 inches (200mm) -- not a whole surface defect-free field but an OSF ring -- the method of outside -- eliminating -- \*\*\*\*\* of a crystal -- we decided to pull up so that the whole surface may serve as V field mostly. However, the single crystal manufacturing installation used here adjusts the location of a heat insulator 14 so that the distance of the front face of raw material melt 6 and the lower limit of a heat insulator 14 may turn into a half distance as compared with the single crystal manufacturing installation of



an example 1.

The maximum temperature  $T_{max}$  in the interface of a crucible and raw material melt of this single crystal manufacturing installation (degree C) was 1514 degrees C. \*\*\*\*\* of this  $T_{max}$  (degree C) to a crystal -- what is necessary is just to make the range of  $V/G$  value ( $\text{mm}^2/\text{K-min}$ ) into 0.28 or more (-  $0.000724 \times 1514 + 1.38$  or more) range, in order for the whole surface to manufacture mostly the single crystal which has V field. Moreover, it is necessary to make  $V/G$  value ( $\text{mm}^2/\text{K-min}$ ) into 1.90 or less (-  $0.000724 \times 1514 + 3.0$  or less) range which is range which can be raised without a single crystal's deforming. therefore, \*\*\*\*\* of a crystal -- in order that the whole surface might pull up the single crystal which has V field mostly, insurance was expected and the range of  $V/G$  value ( $\text{mm}^2/\text{K-min}$ ) was determined as or more 0.29 0.31 or less range. Next, it controlled in the range of this determined  $V/G$  value ( $\text{mm}^2/\text{K-min}$ ), and the single crystal was pulled up. That is, in HZ of this single crystal manufacturing installation, since the max G of the temperature gradient of a solid-liquid interface was  $4.07\text{K/mm}$ , the pull-up rate V was controlled and pulled up in the 1.18 or more  $\text{mm/min}$  range of 1.26 or less  $\text{mm/min}$ .

thus, the silicon single crystal pulled up -- the result of inspection -- \*\*\*\*\* of a single crystal -- it has checked that it could do with what eliminated the OSF ring almost certainly on the whole surface.

[0053]

According to each single crystal manufacturing installation,  $V/G$  value which has N field without Cu depository defective field were able to be correctly determined by using the maximum temperature  $T_{max}$  in a crucible and a raw material melt interface (degree C) as a parameter at the time of determining  $V/G$  value so that examples 1-3 might show. Therefore, the single crystal which has N field without Cu depository defective field can be certainly pulled up by controlling to  $V/G$  value determined in this way. Moreover, the heat insulator was able to be arranged and  $V/G$  value which has N field without Cu depository defective field were able to be made high by changing  $T_{max}$  (degree C) into low temperature so that examples 1 and 2 might show. Therefore, the pull-up rate V could be set up speed and the productivity of a single crystal was able to be raised.

[0054]

In addition, this invention is not limited to the above-mentioned operation gestalt. The above-mentioned operation gestalt is instantiation, and no matter it may be what thing which has the same configuration substantially with the technical thought indicated by the claim of this invention, and does the same operation effectiveness so, it is included by the technical range of this invention.

[0055]

For example, although this invention explained how to manufacture the single crystal when not adding impurities, such as nitrogen and carbon, (non dope) Although  $V/G$  value differs from a non dope greatly when adding impurities, such as nitrogen and carbon. Also in this case, it has the same relation as  $T_{max}$ , and adding amendment by  $T_{max}$  to  $V/G$  value to each impurity and the defective field which changes by those concentration is also included by the range of this invention.

[0056]

[Effect of the Invention]

As explained above, in case according to this invention  $V/G$  value is controlled and a single crystal is pulled up,  $V/G$  value which has a request defective field and/or a request defect-free field can be determined more correctly, and the single crystal of request quality can be more certainly pulled up with sufficient productivity.

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the outline sectional view of a single crystal manufacturing installation where the heat insulator was arranged in the crucible bottom surface part and the lateral portion.

[Drawing 2] It is the outline sectional view of the usual single crystal manufacturing installation.

[Drawing 3] It is the graph which showed the range of  $V/G$  value used as the single crystal of a request defective field and/or a defect-free field, and  $T_{max}$ . (a) The range of  $V/G$  value used as N field and an OSF field, and  $T_{max}$ ,

(b) The range of  $V/G$  value used as V field, and  $T_{max}$ ,

(c) The range of  $V/G$  value used as N field without Cu depository defective field, and  $T_{max}$ .

[Drawing 4] It is the graph which shows  $V/G$  value of the boundary of Nv field and nickel field, and the relation of  $T_{max}$  (degree C).

[Drawing 5] It is the explanatory view showing defective distribution of a growth rate and a crystal.

[Drawing 6] It is the graph which shows  $V/G$  value of the boundary of Nv field and nickel field, and the relation of crucible aperture.

[Description of Notations]

1 -- Single crystal manufacturing installation 2 -- Maine chamber 3 -- Pull-up chamber,  
4 -- Single crystal 5 -- Wire 6 -- Raw material melt 7 -- Quartz crucible,  
8 -- Graphite crucible 9 -- Shaft 10 -- Graphite heater,  
11 -- Heat insulation member 12 -- Cooling dome 13 -- Graphite cylinder 14 -- Heat insulator,  
15 -- Seed electrode holder 16 -- Seed crystal 17 -- Heat insulator.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

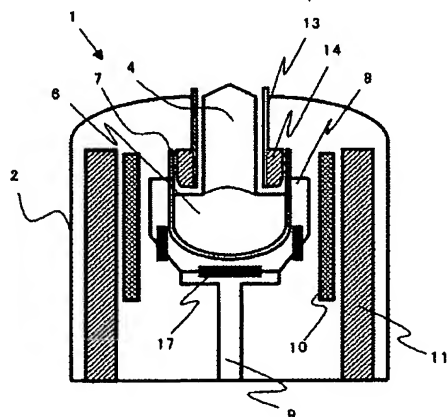
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

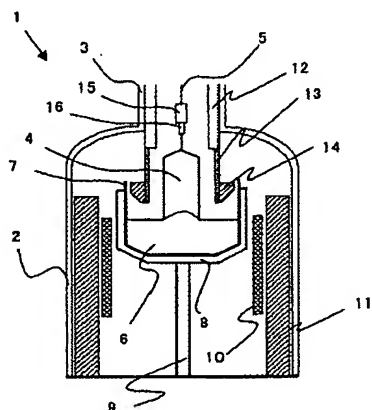
DRAWINGS

---

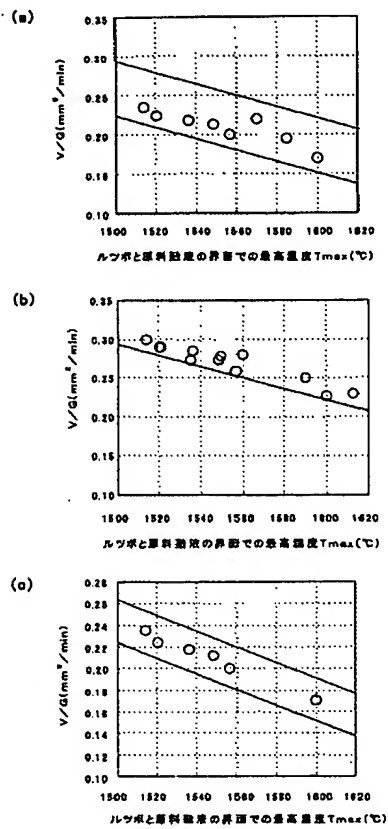
[Drawing 1]



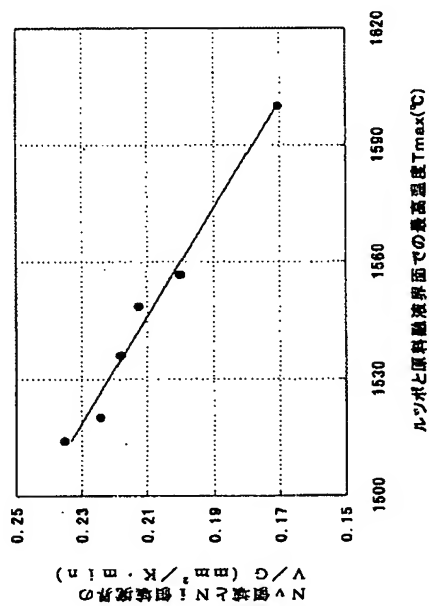
[Drawing 2]



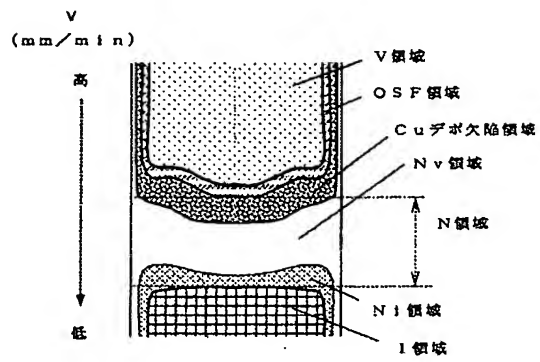
[Drawing 3]



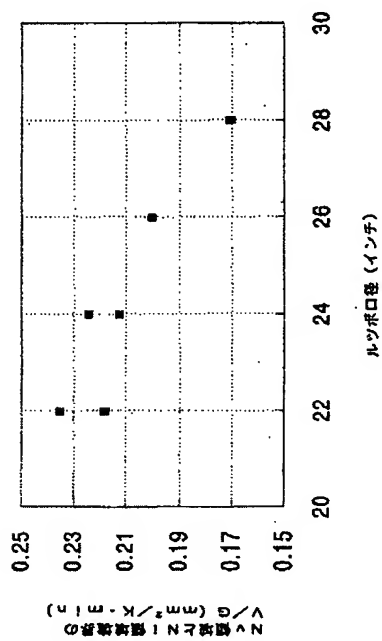
[Drawing 4]



[Drawing 5]



[Drawing 6]



[Translation done.]